

金材技研

1980

科学技術庁

NO.2

ニュース

金属材料技術研究所

噴霧多孔質鉄粉

粉末冶金工業における鉄粉需要は年々増加の一途をたどっている。その需要の一端をスクラップ浴湯を水ジェットで噴霧した鉄粉でまかなっているが、噴霧粉は還元粉に比べて圧粉密度が高くなる長所をもつ反面、圧粉体が欠けやすい。この圧縮性をそこなわず、成形性を還元粉に近いレベルまで向上することは、この種粉末の今後の需要に大きい影響を及ぼすとみられる。

金属加工研究部では高密度焼結合金用原料粉の製造条件を検討し、そのような性質を満足する鉄粉の製造について明るい見通しを得た。

従来の噴霧鉄粉は粒子内部に空隙がなく、あたかもぶどうの一房を思わせる形状を呈する。すぐれた圧縮性はこの形態に基因する。新しい粉末はこのぶどう房状化を一層進めて粒内部も小球の鈴なりとしたものである（写真参照）。この粉末は従来粉と同様に噴霧と還元工程を経てつくられる。まずルツボ底から流下する鉄溶湯を 9.8~13.7 MPa で噴出する円錐状水ジェットで噴霧する。そ

のときの雰囲気を不活性ガスにすると粒子の鈴なりが促され、大気中の場合に比べて酸素量が 0.4 wt.% と 1 けた低い粉末が得られる。これを 900~1000℃, 60min, 水素中で還元、造粒処理を行い、次いでケーキを機械的に粉砕する。粒度分布を調整した-60メッシュ粉の見かけ密度は 2.4~2.7 Mg/m³ であり、いずれの還元粉にも対応できる。つまり還元粉と同じ金型を使える。294~687 MPa で成形して圧縮性をみると、従来の噴霧鉄粉に等しく、もちろん還元粉を上回る。問題の成形性も還元粉にほぼ等しく、ラトラー試験による重量減少率で評価した場合、0.4~0.5% とすぐれている。従来の噴霧鉄粉では同じ条件で圧粉体が数個に割れてしまう。

焼結部品用原料として実用されるには、焼結、合金反応性においても還元粉にほぼ等しくなければならぬ。また銅、ニッケル、黒鉛などの粉末を配合した場合に還元粉の特性にどう合わせるか、部品製造現場に応じた対策が必要である。

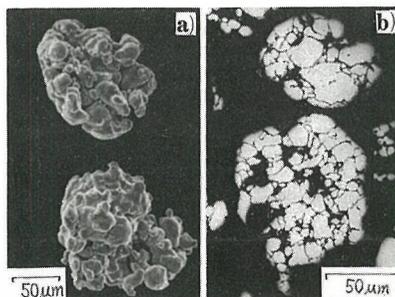


写真 噴霧多孔質鉄粉の形態
a) 外観 b) 断面

耐熱金属材料の浸炭挙動に関するイオンマイクロアナライザーによる分析

高温ガス炉において、冷却材であるヘリウムは不活性ガスであるが、それに含まれる微量不純物 (H_2 , H_2O , CO , CO_2 及び CH_4 等) と熱交換器用耐熱金属材料が反応する。材料の高温強度は酸化や炭化により大きく影響される。これらの腐食挙動を解明することは原子炉の安全性の観点から見て重要である。酸化に関する微小分析については、これまで多くの研究により明らかにされてきている。しかし、浸炭に関しては、炭素分析が容易でないため、現象の観察すら満足に行なわれていないのが現状である。炭素分析には、化学分析、EPMA 及びオートラジオグラフィ等が用いられているが、化学分析は微小領域の分析には不适当であり、EPMA には炭素の分析感度が低いという欠点がある。また、オートラジオグラフィは合金元素の定量分析ができないこと、実験方法がめんどろな事等からガス浸炭の研究には適さない。これらに比べてイオンマイクロアナライザー (IMA) は分析感度が高く、特に他の表面分析手段では難しい軽元素 (H, B, C など) の分析が可能であるという特徴を有している。従って、耐熱金属の高温ヘリウム中での浸炭挙動の研究に IMA は有効な手段であると考えられる。

原子炉材料研究部では IMA を用いて高温ヘリウムガス中の Inconel 617 等の既存合金及び我国で開発中の諸合金の浸炭挙動について研究している。写真は試料断面のシリコン、モリブデン及び炭素の二次イオン像を示す。試料は Inconel 617 であり、腐食試験は CH_4 を約 35vpm 添加することにより浸炭ポテンシャルを高めた高温ガス炉近似ヘリウム

中で $1000^{\circ}C \times 1000$ 時間行なった。一次イオンとして 20 KeV-O_2^+ を用いてある。写真のような鮮明な炭素像を得るために、次のような点に注意を要した。1) 炭素のイオン化効率は低いので、一次イオン電流密度を高くとる必要がある (ビーム径 $5\ \mu m$ で 5 nA 程度)、2) 表面付着物を取り除くため、プリスパッタを十分行なわなければならない (数10分、場合によっては数時間必要)。写真のイオン像から、粒界及び表面から $40\ \mu m$ 付近までにシリコンとモリブデンの共存炭化物が生成していることが明らかとなった。(Mo, Si)-炭化物中のシリコンとモリブデンの濃度比を SiC 及び Mo_2C の標準物質を用いて求めた。濃度の決定には内部標準元素として酸素を用い、注入酸素濃度が標準物質と析出物とでは変わらないと仮定した。図は濃度比 $(Si)/(Mo)$ 及び Ic^+/Io^+ と試料の深さとの関係を示す。ここで Ic^+/Io^+ は注入酸素イオンを基準とした炭素イオン強度を示し、浸炭 (炭化) 度を表わすものである。浸炭は表面近傍において激しく起こっている。それにともない $(Si)/(Mo)$ の値は表面近くで急激に増大していることが明らかである。このことにより CH_4 添加したヘリウムガス中で腐食した Inconel 617 ではシリコンがモリブデンに比べて優先的に炭化することが明らかとなった。これまで、原子炉材料研究部では EPMA により種々の高温ガス中での耐熱金属の酸化挙動を解明して来た。今後、酸化の問題の解明に加え、IMA を用い浸炭挙動に関しても高温機械的性質との関連において研究を進めて行く予定である。

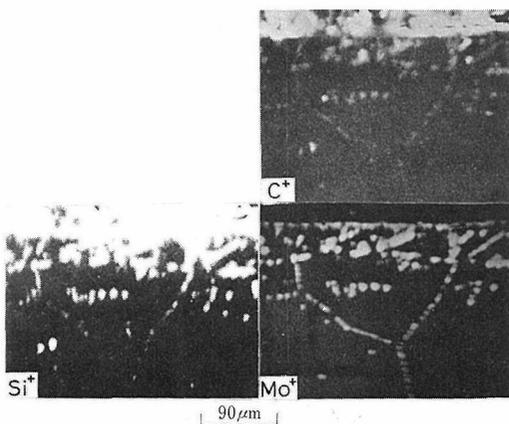


写真 Inconel 617 の浸炭性 He 雰囲気中 $1000^{\circ}C \times 1000\text{hr}$ 腐食後試料断面の二次イオン像 (20KeV- O_2^+ 一次イオンによる)

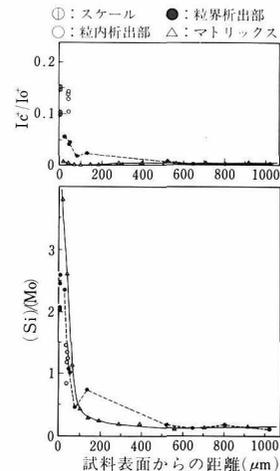


図 $(Si)/(Mo)$, Ic^+/Io^+ の深さ変化

溶接継手の疲れき裂発生寿命の自動計測

構造物を長年にわたって使用すると、その供用期間中に負荷荷重が変動することが多い。変動する荷重によって引き起こされる破壊を疲れ破壊と称する。この疲れ破壊に先立って、構造物の溶接部等の応力が集中する部分に疲れき裂が発生する。鋼構造協会から出されている疲労設計指針によると、疲れを考慮した設計を行なうに必要な材料の強さのデータは、疲れき裂の発生するまでの荷重繰返し数（疲れき裂発生寿命 N_c ）であるべきだとされているが、疲れき裂発生を検出することが難しかったため、破壊するまでの寿命 N_f に係数を乗じてこれを設計時の規準として用いることが多かった。しかし、これには係数という不確定要素が含まれるため、より安全な設計を行なうための資料として、疲れき裂発生寿命のデータを集積することが望まれている。

疲れ試験部では、この疲れき裂発生寿命を容易に検出する方法を模索して来たが、溶接継手に発生する疲れき裂を自動的に検出する方法を開発したので紹介する。

金材技研で開発した疲れき裂発生寿命の自動計測に用いる試験片処理の手順を図1に示す。まず試験片の溶接部をワイヤブラシにて磨き、溶剤を含ませたガーゼにて清浄にした後、電気絶縁塗料を塗布した。塗布、乾燥を15回繰返した後、予め格子線状に模様を打抜いた金属マスクを接着し、この上から導電塗料をスプレー塗装した。次いで金属マスクを剥離させた。これにより、試験片溶接部に電気絶縁被膜を介して格子線状の導電塗料

を固着することができた。疲れ試験に当っては、導電塗料格子の両端にリード線を取付け、試験片の表裏の導電塗料格子を直列に接続したものを試験機の停止回路に継いだ。

疲れ試験機を駆動させ、試験片に繰返し荷重を加えると、やがて試験片の余盛止端部に疲れき裂が発生する。これに伴って電気絶縁被膜が破れ、導電塗料の格子線が破断する。導電塗料格子の破断は疲れ試験機を停止させるので、停止されるまでの荷重繰返し数を読み取れば、これが疲れき裂発生寿命 N_c となる。本方法による N_c 検出時のき裂の状態を確認するために、試験機停止時に試験片をアセチレンバーナーで200~250℃に加熱することによって、破面上にき裂形態およびき裂寸法を酸化着色領域として残した。この酸化着色領域は、その後試験片が破断するまで継続した疲れ試験によって現われた破面上で、他の領域とは明瞭に区別できた。このようにして確認したき裂発生検出時のき裂寸法は、深さが1~4mmであった。

なお、上述のように試験片表面に処理を施したことが、データに影響を与えていないことを確認するために、酸化着色処理に引続いて試験片が破断するまで試験を継続して N_f を求め、無処理のデータと比較した結果を図2に示す。△印と●印は共通に扱え、試験片処理が結果に影響を与えないことがわかる。細線で結んだ○印と●印は同一試験片であることを示し、それぞれ N_c と N_f に対応している。

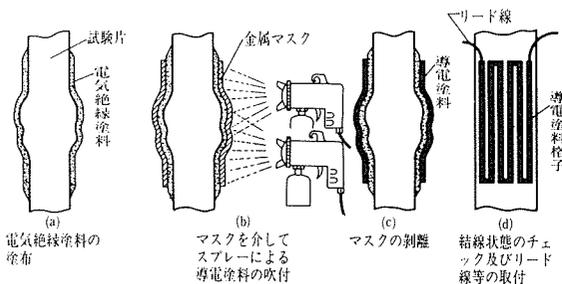


図1 N_c 自動計測用試験片処理の手順。

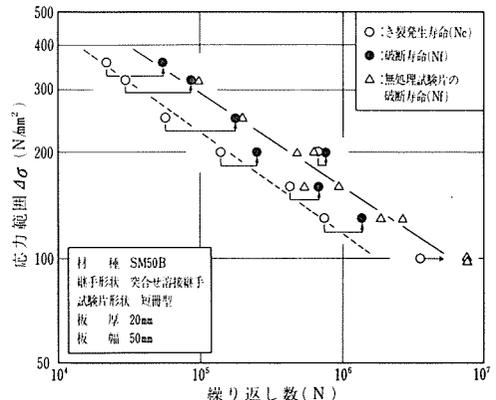


図2 被覆アーク溶接継手のS- N_c · N_f 曲線

【特許紹介】

改良されたV₃Ga超電導体

発明者 太刀川恭治, 田中吉秋
公 告 昭和51年9月13日, 昭51-32476
特 許 昭和52年5月16日, 第858385号

臨界磁界が高く, また, 臨界電流密度(Jc)が大きいV₃Ga超電導体は, 約15T以上の強磁界用超電導マグネット線材として使用されている。超電導マグネット線材ではJcが大きい程, マグネットを小型化できるので, クライオスタットなどの付帯設備が小型で済み, 冷却が容易になるとともに冷却のための液体ヘリウムの所要量も減少するなど, 経済的, 技術的な利得は大きい。

本発明の特長はV₃Ga化合物にBe, Ce, Ca, Mn, Se, Te, Fe, Ni, などの種々の元素を微量添加することにより, 生成されるV₃Ga結晶粒を微細化し臨界電流値を著しく改良できる点にある。本発明の効果を表面拡散法(特許番号670619)で作製したV₃Gaテープの透過電顕写真について例示すると, 写真(a)のガリウム浴に3at.%のCeを添加して生成したV₃Ga結晶粒は, 同(b)の従来の純ガリウムを用いた場合に比較し結晶粒はきわめて小さくなっている。また, 表には複合加工法(特許番号847251)で作製したV₃Gaテープの臨界電流値の改良の例を示す。従来法で作製した試料の電流値(44A)に比較して25%~80%の増加がみられる。

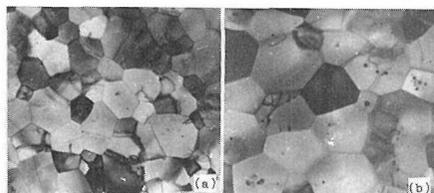


写真 (a)Ga+3at.%Ce浴 (b)純Ga浴

表 元素添加による臨界電流値の変化

添加元素	Mn	Ce	Se	Te	Ca	Be	Fe	Ni	—
添加量(at.%)	2.0	1.5	0.8	1.2	1.1	0.6	1.4	0.8	—
臨界電流(A) (4.2K, 15T)	80	75	77	75	73	70	65	55	44

銅粒子の製造法

発明者 亀谷 博, 山内陸文
公 告 昭和52年8月6日, 昭52-30259
特 許 昭和53年2月25日, 第899418号

この発明は, 硫化銅鉱の乾式製錬法に関するもので, 熔鉱炉(自熔鉱)などで産出する熔融高品位鉱ないし白鉱をノズルから連続的に下方に流しつつ, この落下流に酸素ないし増酸素空気を吹きつけて噴霧化すると同時に金属銅を生成させたのちさらに落下する間の冷却・凝固させて銅粉とすることを特徴とする銅粒子の製造法である。

一般に, 乾式銅製錬ではまず硫化銅鉱石を熔鉱炉(自熔炉)などで加熱・熔融し銅分の多い鉱に変えたのち, この鉱をさらに転炉で熔錬して粗銅にする。この粗銅を陽極に casting したのち, 電解精製により電気銅を得るのが普通である。

これらの工程の中で, 転炉および電解精製はいずれも回分法であり, 前者では炉温の昇降に伴う耐火物の損傷, 亜硫酸ガスの洩れなどの問題があり, 後者では電流密度が制限されている上に多数の陽・陰極板の交換などの問題がある。

これらの中, 電解精製に関しては銅粒子を用いる懸濁電解法(特許775861)により生産性の向上や操業の連続化が可能である。

この発明は, 上記懸濁電解と関連したもので, 従来の転炉工程を連続化するとともに, これに続く電解精製工程にて懸濁電解法において陽極室に装入するのに適した粗銅粒子を製造するもので, 従来法とは全く異なる, 経済的かつ容易に実施し得る新しい方法を提供している。

高さ約2mの垂直炉の上部から1150℃の熔融白鉱を1kg/分の速度で下向きのノズルから流し, これに140l/分の酸素を吹きつけて噴霧化し炉底にて銅粒子を捕集した結果, 直径1mm以下の粒子70%以上, 脱硫率75%以上が得られた。

◆ 短 信 ◆

●海外出張

八木晃一 クリープ試験部主任研究官

耐熱鋼のクリープと疲労との相互作用に関する研究のため, 昭和55年1月9日から昭和56年1月8日までの予定で西ドイツ国シュットガルト大学へ出張した。

通巻 第254号

編集兼発行人 坂内富士男
印 刷 株式会社 三興印刷
東京都新宿区信濃町12
電話 東京(03)359-3811(代表)

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所

東京都目黒区中目黒2丁目3番12号
電話 東京(03)719-2271(代表)
郵便番号 153